

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

57

de2249775/pn

L1 ANSWER 1 OF 1 WPINDEX COPYRIGHT 2004 THOMSON DERWENT on STN

ACCESSION NUMBER: 1973-25924U [19] WPINDEX  
TITLE: Freeze concentrating solns, esp fresh water from sea  
water - with vibration means to prevent ice build up.  
DERWENT CLASS: D13 D15 J07  
PATENT ASSIGNEE(S): (WAGP) WAAGNER-BIRO AG  
COUNTRY COUNT: 1  
PATENT INFORMATION:

PATENT NO	KIND	DATE	WEEK	LA	PG	MAIN	IPC
-----							
DE 2249775	A		(197319)*				<--

PRIORITY APPLN. INFO: AT 1971-8863 19711013

INT. PATENT CLASSIF.: B01J001-24

BASIC ABSTRACT:

DE 2249775 A UPAB: 19930831

A method of concentrating solns., esp washings, from the cellulose and chemical inds., or concentrates from foodstuffs ind., or for freezing out fresh water from salt water comprises vibrating mechanically or electromagnetically the heat exchange surface between the refrigerated medium and the brine to prevent the build up of ice and to break up the laminar boundary layer by the resulting turbulence.

FILE SEGMENT: CPI

FIELD AVAILABILITY: AB

MANUAL CODES: CPI: D04-A01C; D04-B02; J01-B; J07-B

⑤1

Int. Cl.:

B 01 j, 1/24

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



⑤2

Deutsche Kl.: 12 c, 3

Behördeneigentum

⑩

⑪

⑫

⑬

⑭

# Offenlegungsschrift 2 249 775

Aktenzeichen: P 22 49 775.2

Anmeldetag: 11. Oktober 1972

Offenlegungstag: 26. April 1973

Ausstellungspriorität: —

⑮

Unionspriorität

⑯

Datum: 13. Oktober 1971

⑰

Land: Österreich

⑱

Aktenzeichen: A 8863-71

⑤4

Bezeichnung: Verfahren und Vorrichtung zum Eindicken von Lösungen

⑥1

Zusatz zu: —

⑥2

Ausscheidung aus: —

⑦1

Anmelder: Anm: Linde AG, 6200 Wiesbaden

Vertreter gem. § 16 PatG: Siebert, K., Dipl.-Ing.; Grättinger, G., Dipl.-Ing., Dipl.-Wirtsch.-Ing.;  
Patentanwälte, 8130 Starnberg

⑦2

Als Erfinder benannt: Arledter, Hanns F., Dr.-Ing., Graz (Österreich)

gedruckt: s. Pat.-Bl. v. 20.5.76

DT 2249775

**PATENTANWÄLTE**  
K. SIEBERT, Dipl.-Ing.  
G. GRÄTINGER, Dipl.-Ing. Dipl.-Wirtsch.-Ing.  
813 STARNBERG bei München  
Almeidaeweg 12

Waagner-Biro Aktiengesellschaft  
Margaretenstr. 70, 1051 W i e n, Österreich

---

Verfahren und Vorrichtung zum Eindicken von Lösungen

---

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Eindicken von Lösungen, wie z.B. von Ablaugen der Zellstoff- und chemischen Industrien oder von Konzentraten der Lebensmittelindustrie, sowie Verfahren zur Gewinnung von Süßwasser mittels zumindest teilweisem Ausfrieren des Wassers aus den zu konzentrierenden Lösungen.

Die Eindickung von Ablaugen und Flüssigkeiten mittels Ausfrierung ist bekannt. Es werden hierbei Trommeln verwendet, auf deren Oberfläche sich das Eis abscheidet, das mit Hilfe eines Schabers, z.B. von Schnecken, abgekratzt wird. Das bekannte Verfahren hat den Nachteil, daß der Wärmeübergang zwischen Kühlsohle und Ausfriermedium durch die Eisschichtbildung auf den Wärmeübergangsflächen sehr stark reduziert wird. Die Wärmedurchgangszahl ist mit dem bekannten Verfahren auf etwa 200 bis 300 kcal/m<sup>2</sup>h°C

begrenzt, da die Wärmetauschflächen nicht frei von Eisschichten gehalten werden können. Ferner ist eine Energie für den Antrieb der Schnecke zum Reinhalten der Wärmetauschflächen notwendig. Hochleistungs-Rohrbündel-Wärmetauscher können bei diesem Verfahren nicht verwendet werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren vermeidet die angeführten Nachteile und ist dadurch gekennzeichnet, daß die Wärmetauschflächen zwischen dem Ausfriermedium und der Kühlsole zur Erzielung eines optimalen Wärmeüberganges und Verhinderung einer Eisschichtbildung durch mechanische oder elektromagnetische Vibrationseinrichtungen in Schwingungen versetzt werden und die laminare Grenzschicht in den Wärmetauschflächen durch die auftretende Turbulenz zerstört wird. Gemäß einem weiteren Erfindungsmerkmal wird die Vibration mit einer Frequenz höher als 10, insbesondere höher als 30 Hz, durchgeführt. Gemäß einem weiteren Erfindungsmerkmal wird zur Erhöhung der Wärmedurchgangszahl und zur Verhinderung einer Grenzschichtbildung das Ausfriermedium an den Wärmetauschflächen mit turbulenter Strömung vorbeigeführt, wobei insbesondere der Wärmeübergang im Wärmetauscher durch Veränderung der Drehzahl des Turbulenzgenerators geregelt wird.

Die erfindungsgemäße Einrichtung ist dadurch gekennzeichnet, daß an den Wärmetauschern der Ausfriereinrichtung Vibrationseinrichtungen, vorzugsweise elektromagnetisch Vibratoren, insbesondere mit regelbarer Amplitude angeordnet sind. Gemäß einem weiteren Erfindungsmerkmal sind die Wärmetauschflächen der Wärmetauscher in mehreren Stufen angeordnet.

Die Erfindung ist in den Fig. 1 bis 5 beispielsweise und schematisch dargestellt. Fig. 1 zeigt ein Schaltbild zum Ausfrieren von Lösungen. Fig. 2 zeigt einen Wärmetauscher zum Ausfrieren von Abträgen von Zellstoffherzeugungsstätten. Fig. 3 zeigt eine andere Ausführungsform eines Wärmetauschers nach Fig. 2. Fig. 4 zeigt einen Wärmetauscher nach Fig. 2 für eine Süßwassergewinnungsanlage. Fig. 5 veranschaulicht ein weiteres Ausführungsbeispiel einer Schaltung zum Ausfrieren von Lösungen.

Im Schaltbild der Fig. 1 wird das einzufrierende Medium längs der dick ausgezogenen Linie 1 einer Vorkühlanlage 2 zugeführt, wo es praktisch auf den Gefrierpunkt des Wassers <sup>her</sup> untergekühlt wird. In der anschließenden Ausfrier- oder Eindickanlage 3 wird das auszufrierende Medium weiter abgekühlt, wobei das ausge-

309817/0758

Frörene Medium in Form von Eis in Eisabscheidern 12 abgeschieden wird. Die Eisabscheidung erfolgt durch Rüttelsiebe und/oder durch Flotation. Das in den einzelnen Stufen abgeschiedene Eis wird, soweit es sich um einheitliches Eis handelt, gesammelt und

Zentrifugen 29 (Fig. 2) zugeführt, wo die Eispartikel von der anhaftenden Lösung, dem auszufrierenden Medium, befreit werden. Falls sich in der Folge des Ausfriervorganges Eiskristalle mit hohem Feststoffgehalt bilden, wird dieses Eis separat abgeschieden und gesammelt. Nach dem Auftauen dieser Kristalle wird die Lösung dann zur Erhöhung der Konzentration noch einmal dem auszufrierenden Medium der entsprechenden Temperaturstufe beigemischt.

Das abgeschiedene Eis wird zur Wärmeabfuhr der Kälteanlagen verwendet, sodaß dasselbe praktisch ohne Energieaufwand geschmolzen wird. Dies geschieht im Sammelbehälter 6. Die darin anfallende Flüssigkeitsmenge des geschmolzenen Eises wird zur Kühlung im Wärmetauscher 7 der Vorkühlanlage 2 herangezogen. Die niedrige Temperaturdifferenz zwischen dem Verdampfer und den Kondensatoren der Kälteanlagen 11 ergibt eine günstige spezifische Kälteleistung und bedingt geringe Energiekosten. Die nun wieder aufgewärmte Flüssigkeit kann, da sie praktisch rein ist, in den Fabrikations-Kreislauf eingeleitet werden. Bei einer Meerwasserentsalzungsanlage würde das geschmolzene Eis das primäre Produktionsziel darstellen.

Das aus der Ausfrier- und Eindickanlage abströmende Konzentrat dient im Wärmetauscher 8 und im Kühler 9 der Vorkühlanlage zur Kühlung der auszufrierenden Medien.

Dieses Verfahren wird mit besonderem Vorteil bei der Ausfriereindickung von Laugen der Zellstoffindustrie eingesetzt. Das hierbei ausgefrorene Wasser mit einer Temperatur von etwa 0 bis 20° C wird bei der Frischschneid<sup>u</sup>reaufbereitung wieder verwendet. Die niedrige Temperatur ist vorteilhaft für die Löslichkeit von SO<sub>2</sub>. Es ergibt sich nämlich in der Praxis, daß in diesem Temperaturbereich die Löslichkeit von SO<sub>2</sub> einen Maximalwert erreicht. Die durch das Ausfrieren gewonnene Dicklauge kann problemlos, z.B. mit Hilfe von Wirbelschichtreaktoren, verbrannt werden, für welche ein absoluter Trockengehalt von etwa 35% erforderlich ist. Die durch Ausfrieren eingedickten Laugen bei der Zellstoffherstellung zeigen eine überraschend geringe Viskosität im Vergleich zu eingedampften Laugen gleicher Konzentration,

dabei der Kälteeindickung keine thermische Polymerisation der Ligandsulfonkomplexe eintritt. Das Ausfrierverfahren benötigt im Vergleich zum Eindampfverfahren weniger Energie, deren Kosten um etwa 30 bis 40 % geringer sind.

Die Ausfrier- und Eindickanlage 3 in Fig. 1 besteht aus fünf hintereinander geschalteten Wärmetauscherstufen 10, die jeweils durch eine Kälteanlage 11 gekühlt sind. Zwischen den einzelnen Wärmetauschern 10 sind Eisabscheideeinrichtungen 12 vorgesehen, von denen das abgeschiedene Eis über die Leitungen 13 in den Sammelbehälter 6 geführt wird, wo dann die Kühlfächen 14 der einzelnen Kälteanlagen 11 angeordnet sind. Das im Sammelbehälter 6 geschmolzene Eis wird im flüssigen Zustand über die Leitung 15 dem Wärmetauscher 7 der Vorkühlanlage 2 zugeführt. Die ersten beiden Kälteanlagen 11 der Wärmetauscher 10 sind durch eine Kaltwassermaschine 16 gekühlt, deren Kondensatoren vom Kühlwasser 17 zur Erreichung eines geringeren Energieaufwandes durchströmt werden. In der Vorkühlanlage 2 ist ein weiterer Kühler 18 eingeschaltet, der mit Kühlwasser gekühlt wird. Als Kälteanlagen 11 bzw. 16 können sowohl Kompressoranlagen als auch Absorberanlagen verwendet werden.

In den Fig. 2 bis 4 sind spezielle Wärmetauscher 10 dargestellt, die im Schaltbild der Fig. 1 schematisch eingezeichnet sind. Die Wärmetauscher 10 bilden dabei die Ausfrier- und Eindickanlage 3 und haben zur Vermeidung von Eisansätzen in den Rohren, durch welche das auszufrierende Medium hindurchgeführt wird, Vibrationseinrichtungen 19, mit denen der auf Federn 20 gelagerte Wärmetauscher in Schwingungen versetzt werden kann. Bei der Anordnung der Vibrationseinrichtungen 19 ist darauf zu achten, daß eine Schwingungskomponente in Richtung der Wärmetauscherrohre verläuft. Die Vibration der Kühlfächen verhindert eine Eisbildung an denselben und weitgehend die Ausbildung einer laminaren Grenzschicht. Sie erzeugt ferner eine turbulente Wandströmung, bei der die Wärmeübergangszahl höher als bei laminarer Strömung ist. Zur Sicherstellung der Turbulenz über den gesamten Strömungsquerschnitt und über die ganze Wärmetauschergruppe der Wärmetauscherstufe 10 können Turbulenzgeneratoren 21 am Eintritt in die einzelnen Wärmetauscherrohre 30 der einzelnen Wärmetauschergruppen vorgesehen werden, die ebenfalls die Ausbildung einer laminaren Strömung im Wärmetauscher verhindern und so

309817/0758



eine gute Durchmischung des auszufrierenden Mediums während des Durchlaufes durch die Wärmetauscherstufe 10 garantieren.

Als Vibrationseinrichtungen 19 können alle Geräte Verwendung finden, die in der Vibrations- und Schwingfördertechnik bekannt sind, insbesondere Vibriertische oder Klopfteinrichtungen. Mechanische Vibratoren mit einem Unwuchtantrieb mit einer Frequenz von 10 Hz können so in manchen Fällen verwendet werden. Bei gewünschten höheren Schwingfrequenzen werden Magnetvibratoren mit einer Frequenz von 30 bis 200 Hz oder Ultraschallgeneratoren für Frequenzen bis etwa 40.000 Hz verwendet. Insbesondere im höheren Frequenzbereich wird durch die Schwingung jede Eisbildung an den Wärmetauschflächen verhindert und bereits gebildete Eisschichten werden von der Oberfläche der Wärmetauschflächen blitzartig abgesprengt.

Bei den Wärmetauschern nach Fig. 2 strömt das auszufrierende Medium über die Leitung 38 in den Wärmetauscher 10. Die flüssige Phase wird am Austritt aus dem Wärmetauscher 10 über die Leitung 22 abgezogen, während das Eis mit einem gewissen Flüssigkeitsanteil über eine Siebeinrichtung 23 den Wärmetauscher 10 verläßt. Das abgeschiedene Eis kommt auf eine Siebplatte, die eventuell unter Vibration steht und als Rüttelsieb 24 ausgebildet ist. Hier wird ein Teil der mitgeführten Lösung vom Eis abgetrennt. Die abgetrennte Lösung wird im Sammelbehälter 25 gesammelt und über die Leitung 26 in die auch die Leitung 22 einmünden kann, abgeführt. Zur weiteren Reinigung des Eises wird dieses nun einer Zentrifuge 29 zugeführt, wobei in vorteilhafter Weise sämtliche Abscheideleitungen 13 in eine gemeinsame Zentrifuge 29 geführt werden. Das gereinigte Eis wird nun dem Sammelbehälter 6 (Fig. 1) zugeführt, während die abgeschiedene Lösung in die Leitung 26 eingeführt wird.

Der Wärmetauscher 10 besitzt z.B. vier Gruppen von hintereinander geschalteten Wärmetauscher-Rohrbündeln 30, zwischen welchen jeweils eine Verwirbelungseinrichtung, wie z.B. ein Turbulenzgenerator 31, angeordnet ist. Das den Wärmetauscher 10 kühlende Medium tritt bei 31 in diesen ein und wird über die Überströmleitungen 32 in die nächstfolgende Wärmetauschergruppe übergeführt. Zur Verbesserung des Wärmeüberganges können ein oder mehrere Strömungsleitbleche 33 in den einzelnen Rohrbündeln 30 der Wärmetauschergruppen angeordnet sein.



Das neue Verfahren ermöglicht die vertikale Anordnung der Wärmetauscherrohre, damit das spezifisch leichtere Eis nach oben schwimmt und die Zirkulation des auszufrierenden Mediums unterstützt. Es werden dabei Wärmetauscherrohre mit relativ kleinem Durchmesser, wie z.B. 30 bis 50 mm, verwendet, wobei der Wärmetauscher in Gruppen unterteilt wird und das ausgefrorene Wasser in Eisform jeweils vom auszufrierenden Medium getrennt wird.

309817/0750

zur Erzielung hoher Lösungskonzentrationen, das in den letzten Wärmetauscherstufen anfallende Eis, welches einen relativ hohen Fremdstoffgehalt aufweist, in eine der ersten Wärmetauscherstufen zurückzuführen und nach Durchmischung mit dem Ausfriermedium dieser Stufe einem neuen Ausfrierprozeß zu unterwerfen. Das in den letzten Stufen anfallende Eis, das etwa 5 bis 15 % der Gesamtwassermenge ausmacht, enthält oft Fremdstoffkonzentrationen von mehr als 2 %, die unerwünscht hoch sind, deren Mischung jedoch in einer der ersten Ausfrierstufen mit dem auszufrierenden Medium die Konzentration der Fremdstoffe in dieser etwas anheben kann, womit man weiterhin Ausfrierlaugenkonzentrationen von über 50 % erreichen kann.

Das Eiswasser kann an vielen Stellen des Zellstoffherstellungsbetriebes im Kreislauf eingesetzt werden, sodaß praktisch kein Abwasser anfällt. Darüberhinaus hat das Eiswasser einen geringen biologischen Sauerstoffbedarf, sodaß es jederzeit in das Oberflächenwasser der Flüsse abgeleitet werden kann.

Die Eindickung von Ablaugen der Zellstoffindustrie hat auch Vorteile bei der Vorschaltung vor der Hefe- und Sulfitsprit-erzeugung.

Wie in Fig. 4 angedeutet, läßt sich das Verfahren auch in vorteilhafter Weise zur Süßwassergewinnung aus dem Meerwasser verwenden. Der entsprechende Wärmetauscher 10 hat hier praktisch dieselben Einrichtungen wie in Fig. 2 und besitzt beim Austritt des auszufrierenden Mediums aus dem letzten Rohrbündel 30 eine Abstreifeinrichtung 39, durch die das Salzwasser-Eis-Gemisch aus der obersten Sammelkammer ausgetragen wird. Dieses Gemisch strömt nun über die Leitung 22 über eine Trenneinrichtung 24a, in welcher eine Trennung von Salzwasser und Eis erfolgt. Die Eiskristalle kommen nun in eine Waschvorrichtung, in welcher sie im Gegenstrom mit kaltem Frischwasser gewaschen werden, sodaß anhaftende Salzteile vom Frischwasser, welches über die Leitung 27 dem Wäscher zugeführt wird, gelöst werden. Das verbrauchte Waschwasser kann nun über die Leitung 28 dem auszufrierenden Medium in einer vorhergehenden Ausfrierstufe zugeführt werden. Bei dieser Einrichtung werden etwa 5 bis 10 % des erzeugten Frischwassers als Waschwasser verwendet. Als Wäscher werden Doppelsieb-Gegenstromwäscher verwendet, die ein wirtschaftliches Verfahren ermöglichen.

Fig. 5 zeigt das Flußdiagramm des Ausfrierprozesses für eine großtechnische Anlage. Die erfaßbare Ablauge gelangt von der Erfassung kommend in die sechs Wärmetauscher der Vorkühlanlage 2.

Im Wärme—tauscher 41 wird die konzentrierte Ablauge im Gegenstrom auf die für die Verbrennung günstige Temperatur von  $80^{\circ}\text{C}$  aufgewärmt. Die erfaßte Ablauge kühlt sich dabei von  $90^{\circ}\text{C}$  auf  $74^{\circ}\text{C}$  ab.

Im Wärme—tauscher 42 wird die erfaßte Ablauge mittels Kühlwasser auf  $30^{\circ}\text{C}$  weiter abgekühlt. Das erwärmte Kühlwasser kann z.B. in der Bleicherei eingesetzt werden.

Im Wärme—tauscher 43 wird das, in den fünf Ausfrierstufen abgetrennte Wasser (Eis), zum weiteren Abkühlen der Ablauge auf  $14^{\circ}\text{C}$  verwendet. Dieses abgetrennte Wasser kann zur Frischsäureaufbereitung eingesetzt werden. Zwecks optimaler Bedingungen für die Frischsäureaufbereitung soll es nur bis ca.  $20^{\circ}\text{C}$  erwärmt werden.

Das tiefe Temperaturniveau der konzentrierten Ablauge wird in den Wärmetauschern 44 und 46 ausgenutzt, um die erfaßte Ablauge soweit wie möglich abzukühlen. Damit verringert sich die abzuführende Wärmemenge durch die Kälteanlage im Wärmetauscher 45.

Diese sechs Wärmetauscher und die Kälteanlage sind so ausgelegt, daß die erfaßte Ablauge nach Durchlaufen von Wärmetauschern 46 eine Temperatur von  $0^{\circ}\text{C}$  besitzt. Es ist denkbar, den Wärmetauscher 45 durch die Kälteanlage der fünf Ausfrierstufen zu kühlen oder in den Kaltwasserkreislauf miteinzuschließen. Dies wäre aber energiewirtschaftlich <sup>un</sup>günstiger.

In den fünf Ausfrierstufen der Einfrier- und Eindickanlage 3 wird ein jeweils gleichbleibender Prozentsatz Wasser der in die Stufe gelangenden Ablauge ausgefroren und in der nachfolgenden Zentrifuge abgetrennt. Damit ergibt sich für alle Stufen ein gleiches Eis-Laugen-Verhältnis, was für eine optimale Trennung in der Zentrifuge erforderlich ist. Damit werden die abzuführenden Wärmemengen und die abzutrennenden Eismengen mit zunehmender Stufenzahl geringer.

Die fünf Wärmetauscher 47 bis 51 der Ausfrierung werden durch Direktverdampfung von Kältemittel gekühlt und sind also die Verdampferseite der Kälteanlage. Die Kältemittelfüllung in diesen

Verdampfern wird kontrolliert durch ein Füllventil, welches von einem Regelorgan gesteuert wird (z.B. Füllstandsregler).

Die Verdampfungstemperatur wird aufrecht erhalten durch eine Saugdruckklappe, welche von einem Temperaturregler durch die Laugeaustrittstemperatur gesteuert wird.

Das gesamte, verdampfte Kältemittel gelangt über eine Sammelleitung 53 in einen Flüssigkeitsabscheider 54. Dieser dient auch als Enthitzungsgefäß zum Enthitzen des Heißgases, welches vom Kondensator 55 der Kälteanlage 52 kommt. Der Flüssigkeitsabscheider 54 vermeidet, daß Flüssigkeit in den Zentrifugalkompressor 56 gelangt. Zum Enthitzen des Heißgases (im Kondensator nicht kondensiertes Kältemittel) enthält der Abscheider 54 eine bestimmte Menge Kältemittelflüssigkeit, die von einem Füllstandsregler kontrolliert wird. Sich ansammelnde, überschüssige Flüssigkeit wird zum Kältemittelagertank 57 zurückgebracht. Der Druck im Flüssigkeitsabscheider wird durch eine Saugklappe gesteuert, die am Kompressoreinlaß 56 angebracht ist.

Der zweistufige Zentrifugalkompressor 56 der Kälteanlage 52 verdichtet das Kältemittelgas auf einen Druck, entsprechend einer Kondensationstemperatur von ca.  $15,6^{\circ}\text{C}$ . Der Zentrifugalkompressor 56 wird in einer Zellstofffabrik wirtschaftlich am besten von einer Gegendruck- oder Kondensationsturbine angetrieben. Der Antrieb mit einem Elektromotor wäre wirtschaftlich ungünstiger.

Im Kondensator 55 der Kälteanlage 52 wird die in den fünf Ausfrierstufen abgeführte Wärme plus der Verdichtungsarbeit des Kompressors abgegeben. Das Wasser des Kaltwasserkreislaufes erwärmt sich dabei von  $2,2^{\circ}\text{C}$  auf  $11,1^{\circ}\text{C}$ .

Das kondensierte Kältemittel gelangt in den Kältemittelagertank 57, der zur Aufnahme der gesamten Kältemittelfüllung des Systems dimensioniert ist.

Der Hauptteil des flüssigen Kältemittels gelangt in einen geschlossenen Unterkühler 58. Ein kleinerer Teil wird durch ein Drosselventil entspannt und verdampft, wodurch der 2. Strom des Kältemittels unterkühlt wird. Das verdampfte Kältemittel wird in die zweite Stufe des Kompressors 56 abgesaugt. Diese geschlossene Unterkühlung ermöglicht es, das Kältemittel unter dem eigenen Druck zu den einzelnen Wärmetauschern zu bringen. Deshalb sind Flüssigkeitspumpen nicht notwendig.

Das in den einzelnen Zentrifugen 12 ausgeschiedene Eis wird im Eisschmelzbehälter 59 gesammelt. Die Schmelzwärme des Eises wird benutzt zum Abführen von ungefähr 70 % der Kondensatorleistung (Kühlleistung und Verdichtungsarbeit). Das Wasser des Kalt-Wasserkreislaufes kühlt sich von  $11,1^{\circ}\text{C}$  auf  $4,1^{\circ}\text{C}$  ab. Die weitere Abkühlung von  $4,1^{\circ}\text{C}$  auf  $2,2^{\circ}\text{C}$  besorgt die Kälteanlage 60. Hier werden die verbleibenden 30% der Kondensatorleistung abgeführt, auf ein höheres Temperaturniveau gebracht und ans Kühlwasser abgegeben. Die Kälteanlage 60 ist überdimensioniert, um genug Leistung zum Herunterfahren des Systems bei Betriebsbeginn zu haben, wenn noch kein Eis im Eisschmelzbehälter 59 gesammelt ist.

Mit dieser Schaltung der Ausfrierstufen ist eine optimale Steuerungsmöglichkeit gegeben. Energiewirtschaftlich wäre es aber günstiger, die einzelnen Stufen mit getrennten Kälteanlagen zu kühlen und das abgetrennte Eis direkt im Kondensator einzusetzen. Dadurch ließe sich zwischen Verdampfer - und Kondensatorseite der Kälteanlage eine geringere Temperaturdifferenz erreichen, was eine höhere spezifische Kälteleistung zur Folge hat. Bei der gewählten Anordnung ist es so, daß von der tief<sup>st</sup>en Temperatur, also der 5. Stufe ausgegangen werden muß, obwohl die ersten vier Stufen eine höhere Ausfrieretemperatur besitzen.



**M**  
P a t e n t a n s p r ü c h e :

1. Verfahren zum Eindicken von Lösungen, wie z.B. von Abträgen der Zellstoff- und chemischen Industrien, oder von Konzentraten der Lebensmittelindustrie, sowie Verfahren zur Gewinnung von Süßwasser mittels zumindest teilweise Ausfrieren des Wassers aus den zu konzentrierenden Lösungen, dadurch gekennzeichnet, daß die Wärmetauschflächen zwischen dem Ausfriermedium und der Kühlsole zur Erzielung eines optimalen Wärmeüberganges und Verhinderung einer Eisschichtbildung durch mechanische oder elektromagnetische Vibrationseinrichtungen in Schwingungen versetzt werden, und die laminare Grenzschicht in den Wärmetauschflächen durch die auftretende Turbulenz zerstört wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Vibration mit einer Frequenz höher als 10, insbesondere höher als 30 Hz, durchgeführt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zur Erzielung eines regelbaren Wärmeüberganges die Amplitude der Vibrationseinrichtungen geregelt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Vibration zur Erhöhung der Förderbewegung des Eises und zur Verbesserung des Wärmetausches unter einem Stoßwinkel, der ungleich  $90^\circ$  gegenüber der Fördereinrichtung ist, erfolgt.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zur Erhöhung der Wärmedurchgangszahl und zur Verhinderung einer Grenzschichtbildung das Ausfriermedium an den Wärmetauschflächen mit turbulenter Strömung vorbeigeführt wird.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Wärmeübergang im Wärmetauscher durch Veränderung der Turbulenz, insbesondere der Drehzahl des Turbulenzgenerators, geregelt wird.

7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Ausfriervorgang stufenweise vor sich geht, und daß nach jeder Ausfrierstufe eine Eisabscheidung erfolgt.

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß eine Vorabscheidung eines Teiles der Flüssigkeit in den einzelnen Stufen mechanisch durch Flotation und/oder Rüttelsiebe durchgeführt wird.

9. Verfahren nach Anspruch 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, daß das in den verschiedenen Stufen abgeschiedene Eis zusammengeführt und durch eine Zentrifuge entwässert wird.

10. Verfahren nach Anspruch 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, daß die mittlere Temperaturdifferenz zwischen dem Ausfriermedium und dem Kältemittel etwa 2 bis 8°C beträgt.

11. Verfahren nach Anspruch 9 oder 10, dadurch gekennzeichnet, daß die auszufrierende Lösung im Kreislauf mehrmals durch einen Wärmetauscher, bzw. Wärmetauscherstufe gepumpt wird.

12. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß zur Erzielung hoher Lösungskonzentrationen das in den letzten Wärmetauscherstufen anfallende Eis in einer oder ersten Wärmetauscherstufen zurückgeführt und nach Durchmischung mit dem Ausfriermedium dieser Stufe einem neuen Ausfrierprozeß unterworfen wird.

13. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß durch Zusatz von Chemikalien zum Ausfriermedium und/oder durch Änderung des pH-Wertes desselben der eutektische Punkt der Lösung zu höheren Konzentrationen verschoben wird.

14. Verfahren nach Anspruch 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, daß das Wasser aus dem abgeschiedenen Eis zur Rückgewinnung der Restchemikalien der ausgefrorenen Faserstoffe in den Produktionskreislauf der Zellstoffherstellung, Wäscherei und Bleicherei zurückgeführt wird.

15. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß zur Steigerung des Feststoffgehaltes der Lösungen, insbesondere der Laugen, auf 40-60% das Wasser zu 80-90% ausgefroren und der Rest des Wassers durch Verdampfungsverfahren entzogen wird.

16. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß das Ausfrieren des Wassers aus den wässrigen Lösungen bei der Sulfitsprit- und Hefeherzeugung vorgeschaltet wird.



17. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß beim Ausfrieren von Laugen der Zellstoffindustrie das ausgefrorene Wasser mit Temperaturen von vorzugsweise 0 bis 20° C zur Erhöhung der Löslichkeit von SO<sub>2</sub> zur Frischsäureaufbereitung wieder verwendet wird.

18. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß in Süßwassergewinnungsanlagen das abgeschiedene Eis durch kaltes Süßwasser insbesondere im Gegenstrom gewaschen wird, und daß vorzugsweise das zum Waschen gebrauchte Süßwasser anschließend der der Temperatur entsprechenden Wärmetauschergruppe zur Kühlung der Ausfrieranlage zugeführt wird.

19. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß an den Wärmetauschern (10) der Ausfriereinrichtung (3) Vibrationseinrichtungen (19), vorzugsweise elektromagnetische Vibratoren, angeordnet sind.

20. Vorrichtung nach Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, daß die Vibrationseinrichtungen (19) eine regelbare Amplitude aufweisen.

21. Vorrichtung nach Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, daß die Wärmetauschflächen (30) ————— der Wärmetauscher (10) in mehreren Stufen angeordnet sind.

22. Vorrichtung nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, daß in den Wärmetauschern (10) Wirbelgeneratoren (21) angeordnet sind, die vorzugsweise mit ihrer Turbulenzwirkung in die anschließende Wärmetauschergruppe reichen.

23. Vorrichtung nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen zwei aufeinander folgenden Stufen (10) ein Eisabscheider (12) angeordnet ist (Fig. 1).

24. Vorrichtung nach Anspruch 23, dadurch gekennzeichnet, daß mehrere Eisabscheider (12), die vorzugsweise als Flotationsabscheider und/oder als Rüttelabscheider (24) ausgebildet sind, an einer Zentrifuge (29) vorgeschaltet sind (Fig. 2).

25. Vorrichtung nach Anspruch 23, dadurch gekennzeichnet, daß die einzelnen Wärmetauscherstufen (10) nebeneinander, vorzugsweise rund um einen Biegebehälter (6), angeordnet sind.

26. Vorrichtung nach Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, daß die Wärmetauscher (10) mit vertikalen Wärmetauschflächen, wie z.B. Rohren (30), ausgebildet sind, so daß die Bewegung des Ausfriermediums und der entstehenden Eiskristalle von unten nach oben erfolgt, und die Eiskristalle einen Auftrieb bewirken.

27. Vorrichtung nach Anspruch 22, dadurch gekennzeichnet, daß mehr als vier Wärmetauscherstufen (10) hintereinander angeordnet sind.

209817/0756

15  
Leerseite

19.

2249775

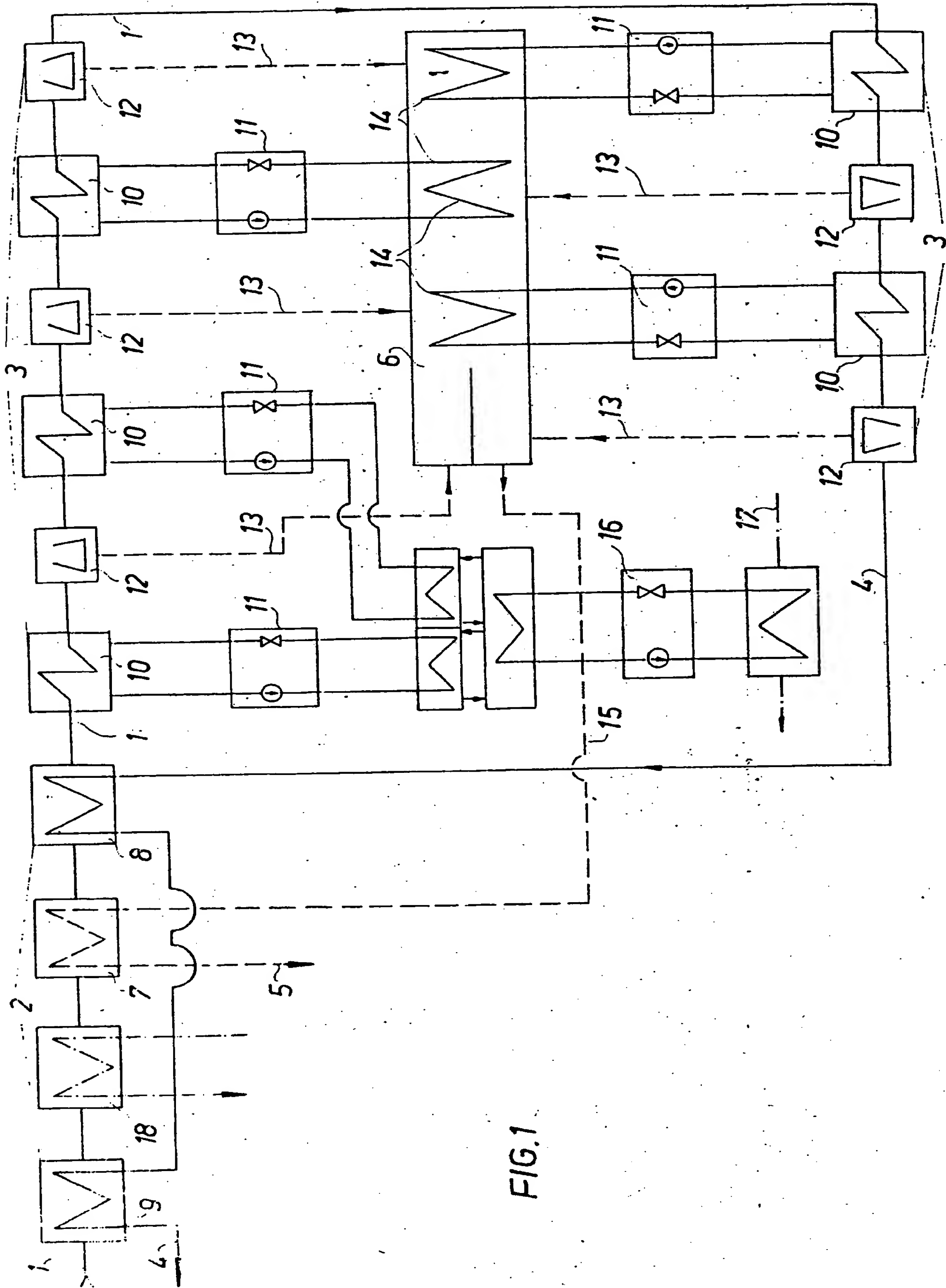


FIG. 1

309817/0756

-16-

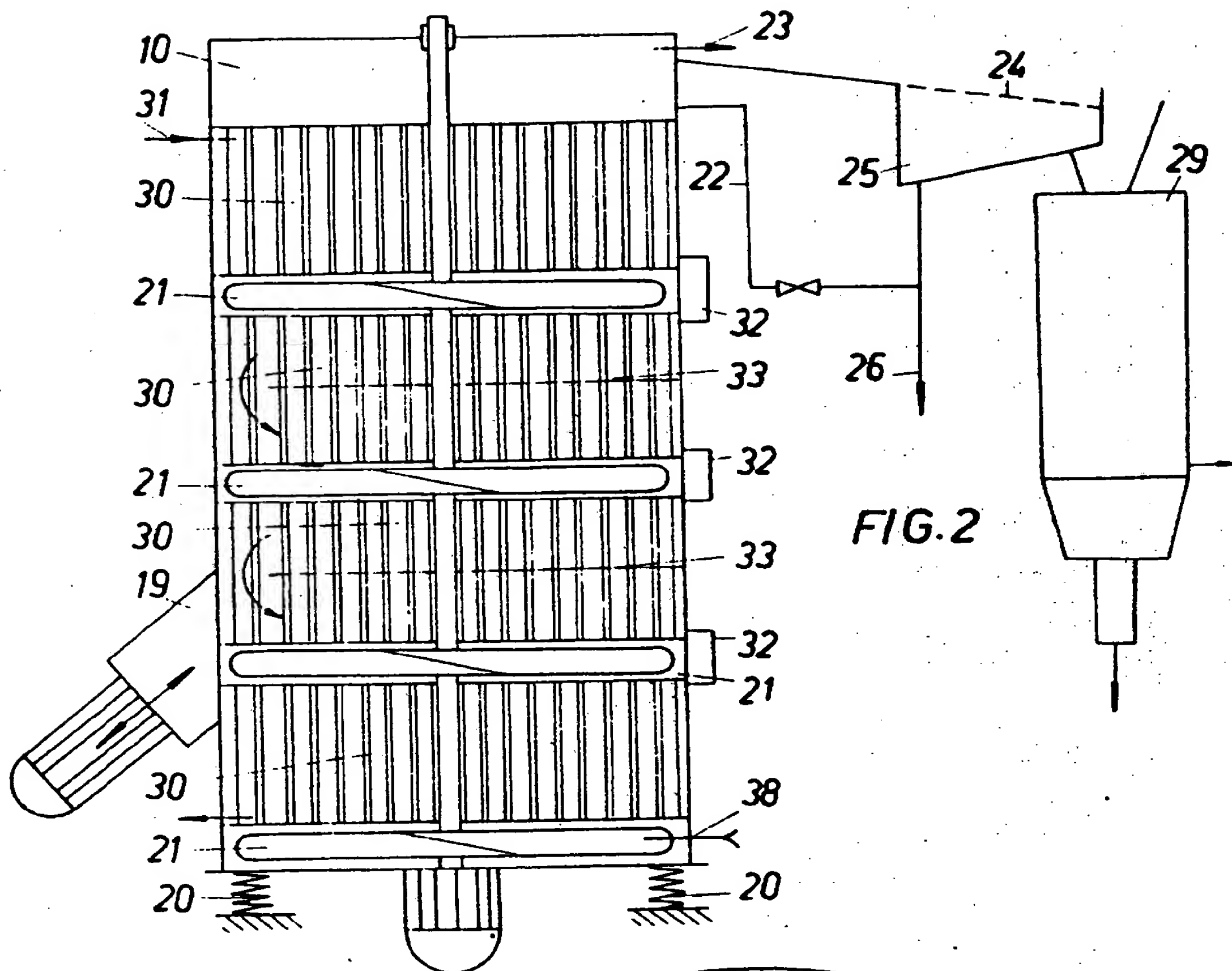
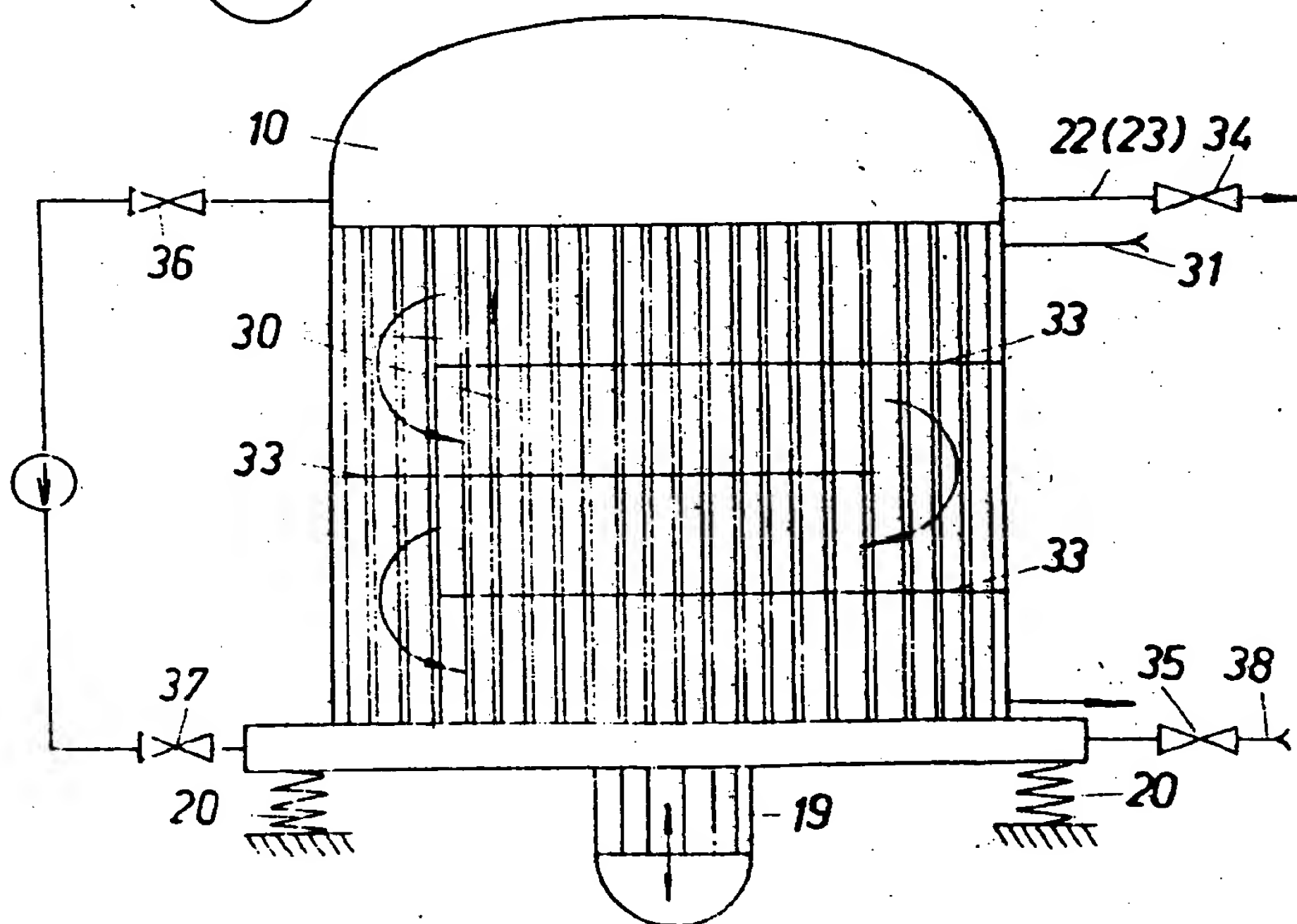


FIG. 3



-17-

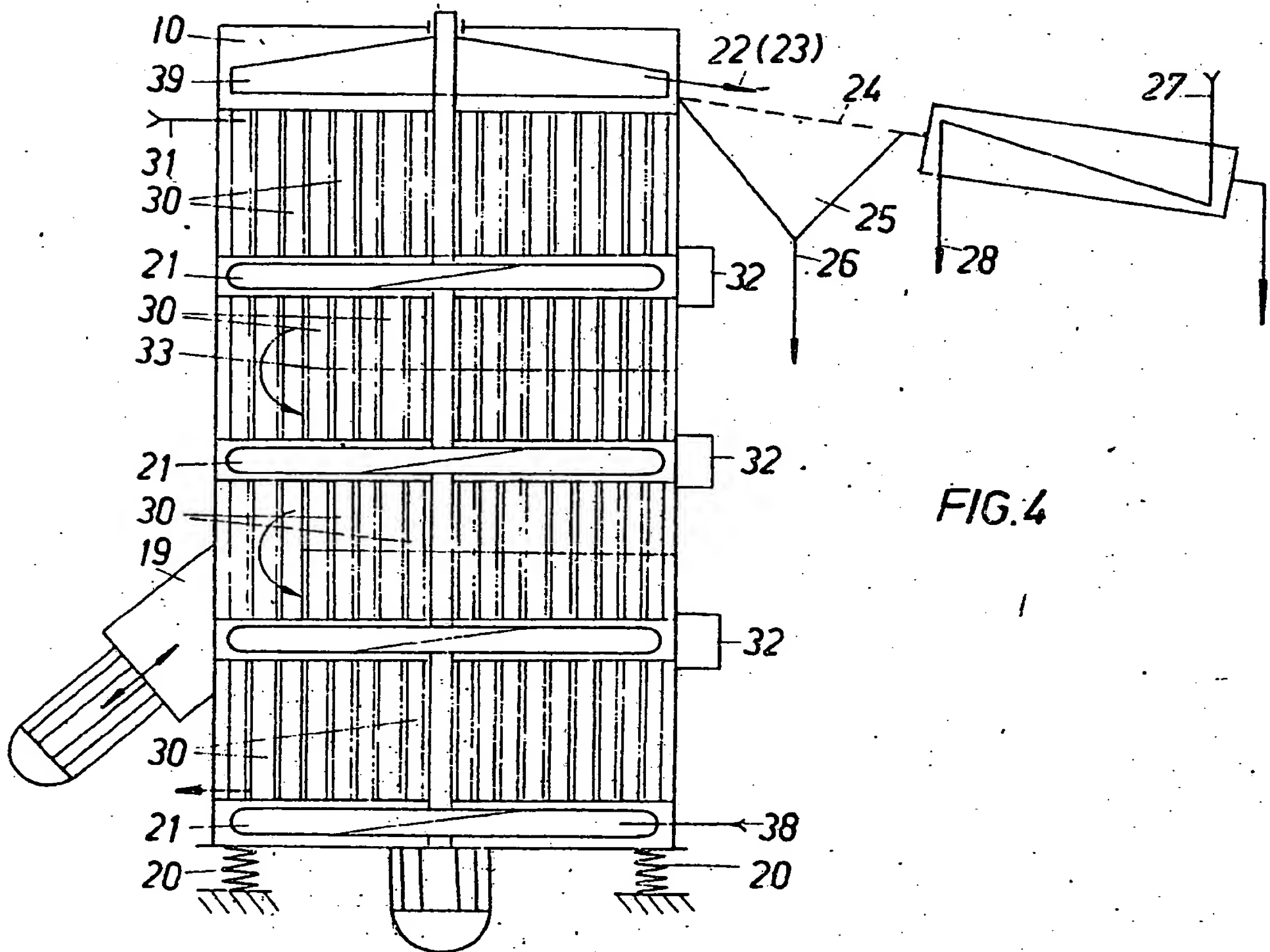


FIG. 4

309817/0756

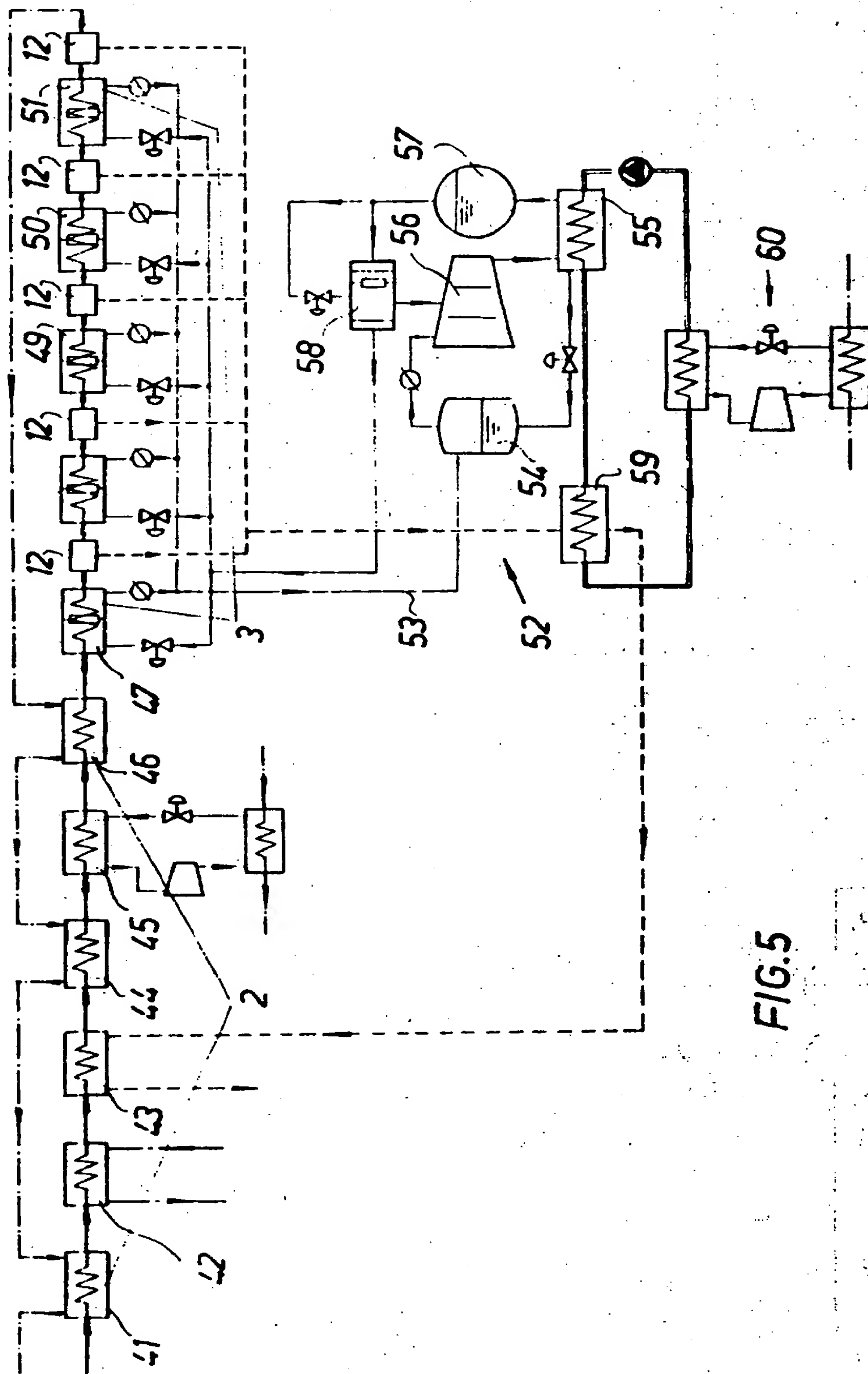


FIG.5